Université de Strasbourg — Faculté de Pharmacie

Année 1938-1939 — N° 205

Le Genêt à balais
la Spartéine
Contribution à l'étude de l'extraction de cet alcaloïde

THÈSE

présentée et soutenue publiquement le 10 JAN. 1939
à la Faculté de Pharmacie de Strasbourg
pour obtenir le grade de Docteur de l'Université
(Mention Pharmacie)

par

L. CHAUVET
Pharmacien
Diplomé de Bactériologie

Examinateurs de la Thèse

MM. R. SARTORY, Professeur, Président.
A. SARTORY, Professeur
P. CORDIER, Professeur
} Juges

Aurillac. -- Imprimerie GERBERT, 6, rue Marchande. -- 1938

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41548002_0034

Université de Strasbourg — Faculté de Pharmacie

Année 1938-1939 — N° 205

Le Genêt à balais
la Spartéine
Contribution à l'étude de l'extraction de cet alcaloïde

THÈSE

présentée et soutenue publiquement le 10 JAN. 1939

à la Faculté de Pharmacie de Strasbourg

pour obtenir le grade de Docteur de l'Université

(Mention Pharmacie)

par

L. CHAUVET

Pharmacien

Diplomé de Bactériologie

Examinateurs de la Thèse

MM. R. SARTORY, Professeur, Président.

A. SARTORY, Professeur } Juges

P. CORDIER, Professeur }

Aurillac. -- Imprimerie GERBERT, 6, rue Marchande. -- 1938

UNIVERSITÉ DE STRASBOURG

FACULTÉ DE PHARMACIE

ADMINISTRATION

MM. A. SARTORY, Doyen, C. ✻, I. ✪, C. ✿
VOLMAR, Assesseur, I. ✪
PIPERAUD, Secrétaire, I. ✪, ⚘, ✾

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

DOYEN HONORAIRE

M. JADIN, O. ✻, I. ✪, ✿

PROFESSEURS

MM.	A. SARTORY, C. ✻, I. ✪, C. ✿	Bactériologie
	LAVIALLE, ✻, I. ✪, ✿	Botanique
	VOLMAR, I, ✪	Chimie organique
	GUILLAUME, ✻, ✾, I. ✪, ✿	Pharmacie galénique
	LAPP, I. ✪	Chimie analytique
	CORDIER, ✪	Pharmacie chimique
	R. SARTORY, ✪	Matière médicale

PROFESSEUR HONORAIRE

M. JADIN, O. ✻, I. ✪, ⚘

COURS COMPLÉMENTAIRES

MM.	A. SARTORY	Hygiène
	LAVIALLE	Hydrologie
	VOLMAR	Chimie minérale
	GUILLAUME	Zoologie
	LAPP	Physique
	EISENMANN	**Législation & Déontologie**
	CORDIER	Chimie biologique
	R. SARTORY	Cryptogamie
	DUQUESNOIS, Maître de Conférences	Toxicologie

CHEFS DE TRAVAUX PRATIQUES

MM.	COLLARD, I. ✪, ✾	Chimie pharmaceutique
	Madame LALLEMAND ✪	Chimie et Physique
	MEYER ✪	**Bactériologie & Parasitologie**
	JAEGER	Histoire naturelle

A LA MEMOIRE DE

P. PATRICE, PHARMACIEN

AU PRESIDENT DU JURY DE MA THESE

Monsieur le Professeur R. SARTORY

Hommage de profonde
gratitude.

A MES JUGES

Monsieur A. SARTORY

Doyen de la Faculté de Pharmacie de Strasbourg
Professeur de Bactériologie

Monsieur P. CORDIER

Professeur de Pharmacie chimique
à la Faculté de Pharmacie de Strasbourg.

En témoignage de vive
gratitude.

A MA MERE

A MON PERE

qui fut mon premier maître

En témoignage d'affection
et en gage de reconnaissance
je dédie ce travail.

A MON FRERE

A MA FEMME

En témoignage de reconnaissance pour le bonheur qu'elle apporte à notre foyer.

A TOUS CEUX QUI ME SONT CHERS

AVANT-PROPOS

« Je vous aime, genêts,....
Indestructibles fils des terres primitives,
A qui les vents d'hiver donnent des voix plaintives,
Sommets boisés sur qui croulent de vieux donjons. »

Ainsi chantait Vermenouze, le grand poète Arverne, la splendeur des genêts qui chaque année au printemps parent notre vieux sol montagnard des plus riches et des plus chatoyantes couleurs.

Ils métamorphosent nos plus sévères contrées et l'or de leurs fleurs donne à nos régions les plus déshéritées un aspect inaccoutumé et rieur.

Nos aïeux ignoraient quelles ressources tenait en elle la flore « de ces cantons rocailleux où résonnent des cris sauvages de milans et de faucons ». Ils admiraient simplement la beauté de ces landes incultes et trouvaient aux genêts touffus

« l'éternel attrait, le charme surhumain
Des choses où, seul, Dieu voulut mettre la main,
Et qu'il ne permet pas qu'on achète et qu'on vende ».

Autres temps, autres mœurs. Par ses propriétés pharmacodynamiques le genêt à balais peut devenir une source de profits considérables pour les habitants des plus pauvres contrées du Massif Central.

La France dispose pour assurer ses besoins en spartéine de matière première en quantité inépuisable. Elle peut s'émanciper de la tutelle étrangère et doit, sur ce

point encore, subvenir elle-même, à ses besoins médicinaux.

Puisse ce modeste exposé servir notre pays.

Voici le plan que nous avons suivi dans cette étude :

Un premier chapitre décrit le genêt à balais du point de vue botanique. Nous y avons exposé les substitutions les plus fréquentes, les services que peut rendre cette plante, employée en nature, et les formes sous lesquelles elle est le plus souvent administrée.

Une étude de la spartéine : extraction, constitution, propriétés physiques, chimiques, pharmacodynamiques, sels employés et doses d'emploi, suivra.

Nous décrirons alors la méthode de dosage que nous avons suivie dans nos différents essais.

Puis nous étudierons la matière première tant du point de vue optimum de récolte, (époque et altitude où la teneur en alcaloïde est la plus grande), que du point de vue traitement mécanique à lui appliquer pour obtenir le meilleur rendement.

Enfin nous comparerons les résultats donnés par l'application des différentes méthodes d'extraction sur un même poids d'un même lot de genêt.

Un dernier chapitre groupera les conclusions que nous avons cru pouvoir faire.

PREMIERE PARTIE

(Documentaire)

CHAPITRE PREMIER

ÉTUDE BOTANIQUE DU GENÊT A BALAIS

(Légumineuses Papilionacées)

Le genêt à balais — Sarothamnus scoparius Koch — est un arbuste de 0 m. 50 à 2 mètres de haut. Il abonde dans les terrains silicieux incultes de l'Europe moyenne. Mais il est particulièrement abondant dans le Massif Central, où on le rencontre dans les friches, les talus et les clairières des bois.

On limite aux fleurs et aux tiges feuillées son emploi médical.

Le Codex le décrit ainsi : « Arbuste portant de nombreux rameaux verts, allongés, dressés, souples, anguleux, non épineux.

Les feuilles sont petites, alternes, trifoliées et pétalées à la base des rameaux, sessiles et unifoliées à leur sommet.

Les folioles sont ovales, oblongues, velues à l'état jeune, surtout sur la face inférieure. Les tiges et les feuilles sont employées à la préparation industrielle de la spartéine.

Les fleurs, grandes, solitaires ou géminées sur les rameaux, sont formées par un calice court, vert, à deux lèvres — l'antérieure à trois dents, la postérieure à deux dents — par une corolle papilionacée,des étamines soudées (monadelphes) sur une partie de leur longueur, et dont les filets, finalement libres et courbés, portent les anthères.

Quant à l'ovaire, il est surmonté d'un style enroulé, élargi à l'extrémité stigmatique.

Il donne à maturité une gousse hérissée de poils sur les bords.

Les fleurs de genêt sont de belle couleur jaune orangée et odorantes. ».

Le Codex conseille la récolte au printemps et prescrit un séchage rapide « à l'ombre ou à l'étuve » afin d'éviter le noircissement.

Les fleurs du genêt d'Espagne (Spartium junceum) sensiblement plus toxiques, sont fréquemment substituées à celles du genêt à balais. Elles se différencient de celles du genêt à balais par un calice fendu jusqu'en bas, une seule lèvre à cinq petites dents, un style courbé, un ovaire glabre. Le genêt à balais a, au contraire, un calice à deux lèvres, deux dents en haut, trois en bas, un style enroulé en cercle, un ovaire hérissé de longs poils sur les bords.

Quand au cytise — **Cytisus Laburnum** — falsification très rare, mais extrêmement toxique, il se reconnaît par ses fleurs au calice campanulé à tube court et à son étendard strié de violet. De plus un style seulement est arqué.

La médecine populaire emploie les fleurs de genêt comme diurétiques et purgatives.

On utilise la décoction de sommités ou de jeunes pousses à raison de 15 à 20 grammes de plante pour 1.000 d'eau dans l'hydropisie avec albuminurie.

La dose moyenne en ce qui concerne ce décocté est de deux cuillerées à soupe par heure.

De plus en plus on abandonne l'emploi de la plante en nature pour user de la spartéine, son principal alcaloïde.

CHAPITRE II

LA SPARTÉINE

Cé n'est pas le seul alcaloïde du genêt. Valeur, en 1918, a pu en effet caractériser à côté d'elle la sarothamnine et la genistéine. C'est à Stenhouse que revient le mérite de sa découverte (1851).

On a cru un moment à l'existence d'un autre alcaloïde, la lupinidine que Willstaetter et Marx ont identifiée à la spartéine.

Moureu et Valeur se sont attachés à découvrir la constitution de la spartéine. Voici le résumé très bref des longs travaux effectués à ce sujet.

La spartéine a deux atomes d'azote tertiaire qui ne peuvent fixer un groupe nitrosé, ou bensoylé.Elle n'est pas hydrogénable et ne décolore pas le permanganate en solution acide. C'est donc une base saturée.

Elle n'est pas méthylée à l'azote, puisque, traitée par l'acide iodhydrique à haute température, elle ne donne pas d'iodure de méthyle.

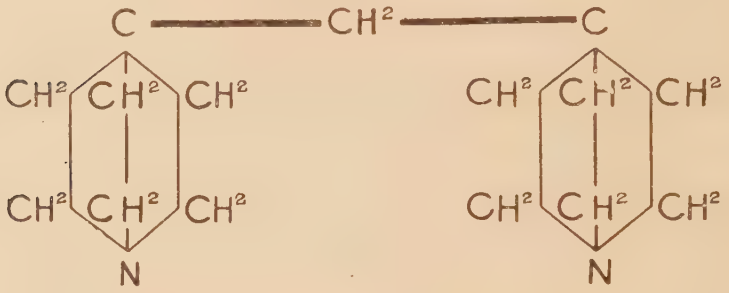
Elle ne contient pas de noyau benzénique car son oxydation ne donne aucun acide aromatique.

La méthylation ultime d'Hoffman montre que, un N, au moins, a ses trois valences engagées dans une chaîne bicyclique fermée. De plus il y a dégagement de triméthylamine et formation de 3 liaisons éthyléniques comme pour la lupinine.

Distillée avec de la chaux, la spartéine donne de l'éthyléne, du propylène et une pyridine méthylée.

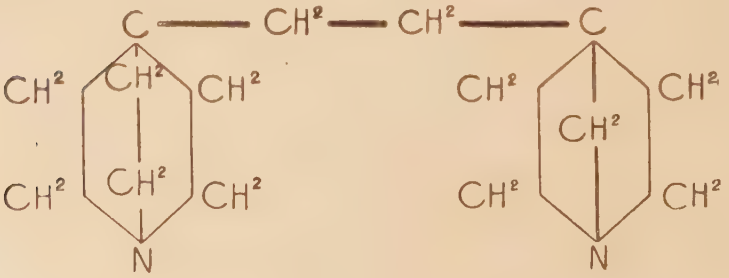
Distillée avec de la poudre de zinc, elle donne encore naissance à des bases pyridiques.

Moureu et Valeur croyant, d'abord, à une molécule symétrique et supposant l'existence de deux noyaux quinuclidiques en avaient fait une diquinuclidine méthane ayant pour formule :

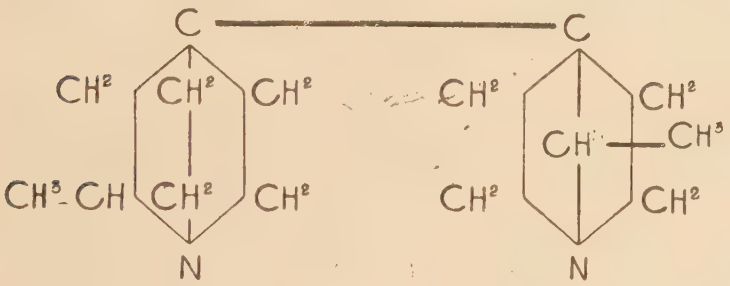


Comment expliquer dès lors, avec cette formule, les pouvoirs rotatoires de la spartéine et de ses sels ? On proposa de rompre la symétrie de la molécule en reliant les deux noyaux pipéridiques non plus par CH^2, mais par $CH^2—CH^2$. On crée ainsi dans la molécule une dyssymétrie sans qu'il y ait de carbone assymétrique.

La formule modifiée était :



Moureu et Valeur ont proposé une nouvelle formule qui avait rallié la plupart des suffrages.



Depuis les formules indiquées par Moureu et Valeur plusieurs formules ont été proposées car la constitution indiquée ne semble pas correspondre tout à fait à la réalité.

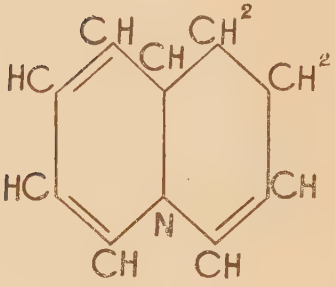
Les nombreux travaux faits par Spaeth, Polonowski, Lespagnol, Karrer, Clemo, Ing et surtout K. Winterfeld en collaboration avec W. Holschneider et W. Ipsen ont mis en évidence d'une façon certaine les relations de constitution étroites entre la spartéine, la lupidine et la lupanine du lupin, la cytisine du cytise et l'anagyrine de l'Anagyris foetida et du cytise, toutes plantes appartenant à la famille des Légumineuses.

Il semble que ces formules doivent être rattachées non plus au noyau quinuclidique mais au noyau pyridocolique.

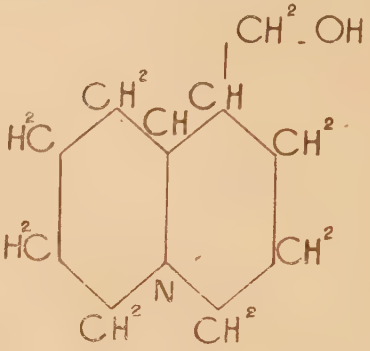
On désigne sous le nom de pyridocoline le double hétérocyclique hexagonal dans lequel l'azote fait partie de la charnière. On rencontre ce noyau dans la lupinine du lupin.

Base tertiaire non méthylée et alcool primaire, la lupinine est un octohydro-pyridocolyl méthanol. La dégra-

dation par la méthode d'Hohmann révèle que l'azote ap-



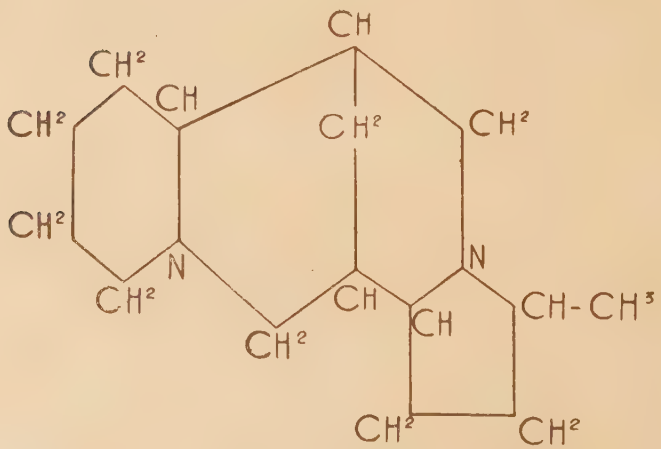
Pyridocoline



Lupinine

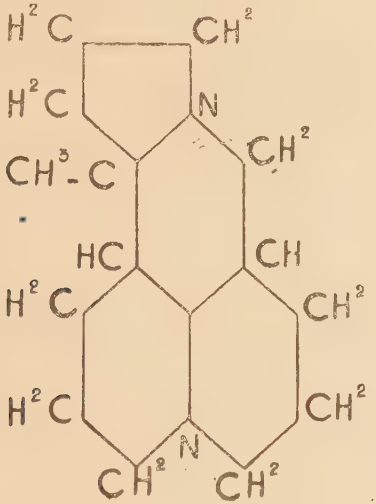
partient à deux cycles.

La spartéine du genêt est un dérivé tetracyclique de la



Formule de la Spartéine d'après Ing

pyridocoline. Sa formule est étroitement apparentée à celles de la lupanine, de l'anagyrine et de la cytisine.



d'après Winterfeld et Knener

Extraction de le spartéine

On épuise les sommités de genêt à l'acide sulfurique dilué. Après concentration et alcalinisation on entraîne l'alcaloïde par un courant de vapeur d'eau.

L'alcaloïde se rassemble à la partie inférieure du récipient. On peut alors, soit le recueillir et le distiller dans le vide sur la potasse sèche, soit neutraliser le distillat par l'acide chlorhydrique, évaporer à sec et distiller le résidu sur la potasse.

Une ultime purification sera effectuée dans le vide, sur sodium métallique, pour enlever toute trace d'humidité et dans un courant d'hydrogène pour éviter toute oxydation.

Propriétés physiques et chimiques de la spartéine

La spartéine est une huile incolore, amère, à odeur d'aniline, peu soluble dans l'eau. Notons qu'elle est plus soluble à froid qu'à chaud.

En effet l'eau en dissout à 32°, 1 partie pour 328 — à 10°, 1 partie pour 180.

Une solution saturée à froid précipite par chauffage.

L'alcool, le chloroforme, l'ether la dissolvent très bien. La benzine, la ligroïne pratiquement pas.

Son point d'ébullition est de 325°.

Sa densité : $D_0 = 1{,}034$, $D_{20} 1{,}0196$.

Base fortement alcaline, elle est monovalente vis à vis du tournesol et de la phtaleine, bivalente vis à vis de l'hélianthine.

Levogyre, son pouvoir rotatoire en solution alcoolique est de —16°,42.

Ses sels sont cristallisés et formés soit de une molécule de base pour une d'acide bibasique, soit de une molécule de base et de deux molécules d'acide monobasique.

Propriétés pharmacodynamiques

Utilisée comme tonicardiaque, préconisée à ce titre par Germain Sée qui la comparait à la digitale, elle régularise et accélère le rythme cardiaque.

D'autres cliniciens affirment au contraire que la spartéine administrée aux doses officielles du Codex, serait incapable de produire la moindre action favorable. Ce serait même à doses moyennes et fortes un dépresseur cardiaque. Cependant F. et J. Mercier, opérant sur un chien, démon-

trent que cinq à dix centigrammes de spartéine par kilog d'animal, administrés par voie intraveineuse, augmentent l'amplitude, ralentissent et régularisent le rythme et abaissent passagèrement la pression artérielle.

Des doses plus faibles augmentent la fréquence et l'amplitude des mouvements respiratoires. Huchard nie à la spartéine toute action sur la diurèse et sur la pression artérielle. Il l'utilise dans l'asystolie avec hydropisie cardiaque. Vaquez ne lui reconnaît au contraire aucune efficacité dans ce même cas.

La spartéine n'est donc pas un succédané véritable de la digitaline puisqu'elle ne peut régulariser un rythme cardiaque troublé, mais elle peut être utile pendant les intervalles des cures digitaliques.

On peut aussi l'utiliser dans les cardiopathies avec tention artérielle élevée puisqu'elle est sans action sur cette tension qu'exagère la digitaline.

Elle sera aussi le médicament d'urgence des défaillances cardiaques.

Voici quelles conclusions Raymond Mamet qui étudia la pharmacologie de la spartéine donne à son exposé : « Le principal argument pharmacologique que l'on a proposé à l'emploi thérapeutique de la spartéine est incontestablement mal fondé. S'il est vrai, en effet, que cet alcaloïde manifeste, sur le cœur isolé, une action inhibitrice, il est parfaitement démontré aujourd'hui qu'il en est tout autrement sur l'animal entier.

Quand on les place dans des conditions expérimentales, se rapprochant des conditions naturelles, les animaux à sang froid aussi bien que les mammifères réagissent à la spartéine par une augmentation de l'amplitude de leurs contractions cardiaques qui s'accompagne tantôt d'un ralentissement, tantôt d'une accélération, mais dans tous les cas de la régularisation de ces contractions. »

L'utilisation de la spartéine comme cardiotonique d'entretien est donc justifiée.

De plus la spartéine diminue et peut même à dose suffisante supprimer l'excitabilité des cellules ganglionnaires du système nerveux végétatif, de telle sorte que le cœur spartéiné « est soustrait à l'influence de son système nerveux extrinsèque », ainsi que F. et J. Mercier l'ont écrit. De plus l'excitabilité des mécanismes post-ganglionnaires parasympathiques diminue.

Ainsi s'explique l'heureuse action de la spartéine dans tous les troubles cardiaques qui sont liés à l'hypervagotonie.

La spartéine diminue et peut à fortes doses abolir la conductibilité auriculo-ventriculaire. Comme la quinidine elle donnera de bons résultats dans les cas de troubles de l'excitabilité sinusale et nodale et, en particulier, dans la fibrillation auriculaire que Hering appelle « arythmie perpétuelle » et qui communique aux ventricules un rythme affolé.

Agissant sans troubler la fonction digestive ni le système nerveux central la spartéine est relativement peu toxique.

Le sulfate s'administre à des doses variant de cinq à vingt centigrammes. Les doses habituelles sont pour l'adulte cinq à dix centigrammes, pour les enfants un centigramme par année d'âge.

Le Codex donne comme doses maxima : pour une dose 0,10 : dix centigrammes — par 24 heures 0,30 : trente centigrammes.

La spartéine s'emploie surtout en potion et en pilules. Le Codex n'indique que la soluté injectable stérisable à 70° par tyndallisation, de formule : Sulfate de spartéine, cinq centigrammes. Eau distillée qsp 100 c. c.

Les sels de spartéine

Le Bromhydrate neutre de formule $C^{15}\ H^{26}\ N^2$, 2 H Br, H^2O, en prismes transparents, fond à 170°, est levogyre, soluble dans l'alcool et l'eau.

Le Chlorhydrate neutre $C^{15}\ H^{26}\ N^2$, 2HCl, $6H^2O$ en aiguilles enchevêtrées est très soluble dans l'eau.

Le picrate, cristallisé dans l'alcool bouillant, fond à 208° et se présente en aiguilles jaunes brillantes.

Le sulfate de spartéine est le seul sel employé en thérapeutique et inscrit au Codex. Il a pour formule :

$$C^{15}\ H^{26}\ N^2,\ SO^4\ H^2,\ 5H^2O.$$

On peut le préparer en traitant par l'acide sulfurique à 25 % une solution éthérée de spartéine. On a dans ces conditions le sel officinal à $5H^2O$.

Les autres modes de préparation donnent des sels plus ou moins hydratés de 3 à $8H^2O$.

Le sulfate de spartéine Codex renferme 55 % de base. Il est incolore, inodore, fond, lorsqu'il est sec à 140°, est lévogyre [P. R.—22 à + 18° en solution aqueuse à 2%].

Il doit se dissoudre dans l'acide sulfurique concentré sans coloration et le mélange doit rester limpide après addition d'acide azotique.

Sa solution aqueuse, traitée par la soude ou la potasse, devient laiteuse. La spartéine est libérée et se rassemble en gouttelettes huileuses.

La teinture d'Iode donne un précipité rouge brun. Le chlorure mercurique ne la précipite pas si la spartéine est en solution à 10 %. Le précipité se forme en présence d'acide chlorhydrique.

Jorissen donne la réaction suivante. On dissout dans le moins d'eau possible quelques centigrammes de sulfate

de spartéine. On ajoute de la soude en léger excès. On obtient un liquide trouble qu'on agite avec 10 centigrammes d'éther. On décante soigneusement l'éther, qui contient la spartéine base, dans un tube à essai sec en ayant soin de ne pas introduire d'eau. On additionne alors cet éther de 2 à 3 centigrammes de soufre sec et, après agitation, on fait passer un courant d'hydrogène sulfuré.

On constate un volumineux précipité rouge vif qui disparaît si l'on ajoute un peu d'eau,

Cette réaction est très sensible, dix centigrammes de spartéine suffisent à la produire.

Avec la conicine nous aurions un trouble jaune orangé, avec l'atropine un précipité jaune.

Les autres alcaloïdes ne donnent rien de semblable.

Voici les caractères et l'essai du sulfate de spartéine d'après le Codex 1938 :

Caractères. — Sel incolore, inodore. Point de fusion du sel anhydre 145°

Solubilité :

Eau	1,1
Alcool	2,5
Ether éthylique	insoluble
Chloroforme	insoluble

Pouvoir rotatoire. — Solution aqueuse contenant deux grammes de sel officinal dans cent centimètres cubes

[α] D	— 22° 5
[α] J	— 24°
[α] V	— 27° 25

La solution aqueuse présente une réaction acide au au tournesol.

La potasse ajoutée au soluté aqueux de sulfate de spartéine forme un trouble laiteux, insoluble dans un excès de potasse ; la base précipitée se rassemble peu à peu en gouttelettes huileuses.

Si l'on projette un fragment de sulfate de spartéine dans du polysulfure d'ammonium, il se développe bientôt une coloration rouge orangé, persistante.

La teinture d'Iode précipite en rouge brun le sulfate de spartéine dissous dans l'eau.

Le chlorure mercurique ne précipite pas la solution aqueuse à 10 % de sulfate de spartéine, mais un précipité se produit si l'on ajoute au mélange de l'acide chlorhydrique.

Essai. — 1°) Le sulfate de spartéine officinal doit être incolore ; il ne doit pas perdre par dessication à 100° plus de 22 % de son poids (eau en excès).

2°) Par incinération, il ne doit pas laisser de résidu, (matières étrangères fixes).

3°) Chauffez 0 gr. 1 de ce sel avec cinq gouttes de chloroforme et 1 c.c. de solution alcoolique de potasse ; il ne devra pas se développer l'odeur forte et désagréable de phenylcarbylamine (sulfate d'aniline).

Conservation. — Conservez le sulfate de spartéine dans un flacon bouché.

Outre la pharmacopée française, les pharmacopées belge, brésilienne, chilienne, espagnole, suisse, italienne, mexicaine, roumaine et yougoslave ont adopté le sulfate de spartéine.

Dosage. — Le dosage se fait avec une approximation de 5 % par alcalimétrie suivant la technique de Valeur.

On dissout 0 gr. 422 de sulfate de spartéine dans 10 c.c. d'eau contenant quelques gouttes de solution alcoolique de phtaléine. On ajoute goutte à goutte une solution N/10 de soude jusqu'à rose persistant. Le sulfate de spartéine est acide vis à vis de la phtaléine. De plus un H acide de $SO^4 H^2$ est titrable en présence de cet indicateur.

Chaque centimètre cube de soude N/10 correspondra donc à 0 gr. 0422 de sulfate de spartéine.

D'autres sels de spartéine sont aussi connus. Le diiodure $C^{15} H^{26} N^2$, 2IH, fond à 220°. Il peut se présenter en pyramides, en masses lamellaires ou en prismes. Son pouvoir rotatoire dans l'alcool absolu, déterminé par Moureu et Valeur, est de —11°.

On a décrit également des arséniates, des phosphates et des sels basiques des acides halogénés.

CHAPITRE III

DOSAGE PONDÉRAL DE LA SPARTÉINE DANS LE GENÊT A BALAIS par la Technique Patrice

(« Dosage de la spartéine dans le genêt à balais »).

L'opération repose sur une extraction alcoolique de la spartéine effectuée dans de grandes allonges de verre.

Nous avons chaque fois opéré sur cinq cents grammes de genêt réduit en poudre grossière. Le rendement en alcaloïde base a oscillé entre trois et sept grammes d'alcaloïde pur par kilogramme de plante traitée.

On réduit en poudre grossière les feuilles et les rameaux de genêt .On lixivie dans un appareil à déplacement avec de l'alcool à soixante degrés centigrades jusqu'à ce que le lixiviat ne précipite plus par le réactif iodo-ioduré.

Après filtration, on évapore, à basse température et dans le vide, les liquides alcooliques et l'on épuise le résidu par une solution concentrée d'acide tartrique. Par filtration de la liqueur acide on diminue la chlorophylle et la matière colorante.

On additionne alors cette solution de carbonate de soude. L'alcaloïde est libéré. Par agitation avec un fort excès d'éther on le fait passer en solution. Il faut que le volume d'éther soit cinq ou six fois celui de la solution alcalinisée.

La spartéine obtenue est impure. On la purifie en agitant dans une ampoule à décantation sa solution éthérée avec une solution concentrée d'acide tartrique. Après décantation et neutralisation par le carbonate de soude de la solution de tartrate de spartéine, on reprend par l'éther.

Il faut recommencer trois à quatre fois cette série d'opérations pour obtenir une solution éthérée de spartéine absolument incolore.

On met alors en contact pendant deux jours, afin de la deshydrater, cette solution éthérée de spartéine, avec du carbonate de soude **anhydre.** Cette précaution est indispensable pour obtenir facilement la spartéine anhydre.

On filtre cette solution éthérée anhydre puis on l'évapore dans le vide à l'aide d'une trompe à eau. Il faut opérer dans l'obscurité. Nous avons entouré notre ballon avec du papier noir dont on enveloppe les plaques photographiques.

On arrête l'opération lorsque le poids du résidu du ballon reste constant.

Soient : P le poids primitif du ballon = tare.

P' le poids du ballon après évaporation de la solution éthérée de spartéine.

Poids de spartéine extrait = P'—P.

Nous aurions pu extraire la spartéine en traitant la poudre de genêt par une solution acide puis, après avoir évaporé pour concentrer la liqueur et neutralisé à la soude, extraire l'alcaloïde libéré en agitant avec de l'éther. Nous aurions purifié la spartéine comme précédemment.

Mais, par ce procédé, il y a destruction au cours de l'évaporation de la solution acide d'une très notable partie de l'alcaloïde. La perte peut dépasser 50 %.

D'autre part, il se forme dans la solution acide évaporée et neutralisée une sorte de gelée visqueuse due aux substances pectiques.

Ce gel retient une bonne part de l'éther ajouté pour extraire la spartéine.

Un dosage pondéral effectué par cette méthode ne saurait donc donner que des résultats illusoires.

Le procédé de dosage de la spartéine extraite par l'alcool et transformée en sulfate « par saturation en solution éthérée de l'alcaloïde par de l'acide sulfurique à 25 % », signalé par Patrice (*Dosage de la spartéine dans le genêt à balais*) pouvait encore être employé.

Nous aurions fait dissoudre dans l'eau distillée le sulfate de spartéine à cinq molécules d'eau obtenu, puis nous l'aurions titré à la soude décinormale avec la phénolphtaleïne comme indicateur. Nous avons vu que 1 cc. de soude N/10 correspond à 0 gr. 0422 de sulfate à cinq molécules d'eau.

L'expérience montre que ce sel cristallise très difficilement lorsqu'on opère sur des solutions éthérées d'alcaloïde peu concentrées. Ceci nous a incité à rejeter ce procédé de dosage.

Par volumétrie, en agitant la solution éthérée de spartéine avec un volume connu de solution N/10 d'acide sulfurique en excès, puis en titrant, après avoir décanté la solution acide de sulfate de spartéine, l'acide sulfurique en excès à l'aide de soude N/10, on obtient des résultats manquant de précision (approximation de 5 % environ).

Nous avons donc préféré nous adresser à la méthode pondérale qui a l'avantage de donner un produit sur lequel on peut faire toutes les réactions d'identité de la spartéine.

Voici les réactions que nous avons pu faire sur cette spartéine à l'aide de l'alcool comme dissolvant.

1°) Densité 1.034 à zéro degré contigrade ainsi que Moureu et Valeur l'ont déterminée.

2°) Pouvoir rotatoire dans l'alcool absolu à quinze degrés centigrades PR = — 16°42, pouvoir rotatoire signalé par Moureu et Valeur.

3°) Point d'ébulition,
sous une pression de dix sept millimètres de mercure 177° sous une pression de sept cents soixante millimètres de mercure 325°. A cette température la spartéine brunit puis se décompose.

Nous avons également essayé les réactions indiquées par A. Goris dans son travail : « *Localisation et rôle des alcaloïdes et des glucosides chez les végétaux* ».

1° L'iode en solution éthérée donne du périodure de spartéine cristallisé en aiguilles et coloré en vert.

2°) Le sulfhydrate d'ammoniaque persulfuré, une coloration orangée persistante.

3°) L'iodure de potassium iodé, un précipité abondant brun kermès.

4°) L'iodure de mercure et de potassium, un précipité blanc soluble dans l'hyposulfite de soude.

5°) L'iodure de bismuth et de potassium, un précipité rouge.

6°) Le phosphomolybdate de soude, un précipité blanc cailleboté.

7°) Le tannin, un précipité blanc.

8°) L'eau iodée ou bromée, un précipité rouge brique soluble dans l'hyposulfite de soude.

9°) L'acide sulfurique en présence de bichromate de potasse, une coloration verte avec la spartéine base.

10°) Le sulfoséléniate de soude, une coloration rouge.

D'autre part nous avons dissous deux poids égaux P de spartéine — l'un d'alcaloïde livré avec garantie de pureté, l'autre de spartéine obtenue en utilisant le procédé à l'alcool à partir du genêt à balais — dans deux volumes égaux V d'alcool à quatre vingt dix degrés.

Les deux solutions ont été additionnées d'un même volume V' d'une solution alcoolique d'acide picrique saturée à froid. On fait bouillir, après avoir agité, les deux solutions.

Par refroidissement, il se forme dans les deux cas, de belles aiguilles jaunes de picrate de spartéine.

Nous avons recueilli et desséché séparement les deux précipités dans le vide à la même température. Ces deux précipités sont de même poids aux erreurs d'expérience près.

Examinés au microscope, dans les deux cas, les cristaux de picrate de spartéine présentent les mêmes formes et les mêmes dimensions.

DEUXIEME PARTIE

(Expérimentale)

CHAPITRE PREMIER

LA MATIÈRE PREMIÈRE

Différents échantillons de genêt à balais, cueillis dans une même région et traités suivant la méthode de dosage que nous venons d'exposer, nous ont donné des résultats qui, exprimés en grammes de spartéine par kilogramme de plante utilisée, surprennent par leurs étonnantes différences.

Le rendement est plus que jamais une question de vie ou de mort pour l'industrie privée. Il faut non seulement produire mais encore produire à bon compte, à meilleur compte même que les industries concurrentes. C'est-à-dire que, pour le même nombre d'heures de travail, pour un même capital engagé les résultats obtenus doivent être égaux ou supérieurs à ceux réalisés dans les industries similaires.

Nous nous sommes demandés si l'altitude d'une part, le moment de la récolte d'autre part, ne seraient pas des facteurs qui, pour le genêt à balais seraient susceptible de faire varier la teneur moyenne en spartéine par kilogramme de plante, comme pour tant d'autres simples ces mêmes variables influent sur la richesse des prélèvements en un principe bien défini ?

Des échantillons furent donc cueillis à une même altitude aux différents mois d'une même année, puis le mê-

me jour à des altitudes différentes de trois, quatre, cinq, six et sept cents mètres. Les altitudes furent déterminées avec un baromètre altimètrique de précision.

Classés et étiquetés, ces genêts séchèrent dans des locaux aérés et secs, puis furent réduits en fragments de quelques centimètres de longueur dès qu'ils furent à demi desséchés. A partir de ces fragments nous avons obtenu au broyeur une poudre grossière.

P. Patrice recommande en effet « de travailler le genêt à demi sec. Trop vert, dit-il, le genêt se travaille mal. Trop sec il devient impossible à réduire en poudre grossière, si on ne veut pas s'exposer à mettre le broyeur hors d'usage à bref délai. Même l'acier chromé le plus dur ne peut résister au travail du genêt complètement desséché ».

La dureté du genêt très sec est telle qu'après une série d'essais, à l'aide d'un broyeur à marteaux rotatifs, mû électriquement, en moins de quarante huit heures de travail effectif les angles des marteaux sont arrondis et P. Patrice ajoute même que « les axes de plusieurs marteaux cassèrent » au cours de ses essais de pulvérisation d'échantillons totalement desséchés.

Nos résultats portent donc sur du genêt à demi sec dans l'état que nous venons de définir. Ils sont classés par altitudes croissantes et par mois dans l'ordre chronologique.

Les difficultés de travail du genêt complètement desséché nous ont empêché de donner des résultats se rapportant au produit sec.

Altitude 300 mètres

Janvier : Teneur en spartéine au kilogramme de plante				3 gr. 7
Février	—	—	—	3 gr. 8
Mars	—	—	—	6 gr. 5
Avril	—	—	—	3 gr. 0
Mai	—	—	—	2 gr. 1
Juin	—	—	—	2 gr. 9
Juillet	—	—	—	2 gr. 9
Août	—	—	—	1 gr. 9
Septembre	—	—	—	3 gr. 3
Octobre	—	—	—	4 gr. 0
Novembre	—	—	—	4 gr. 3
Décembre	—	—	—	3 gr. 8

Altitude 400 mètres

Janvier : Teneur en spartéine au kilogramme de plante				3 gr. 7
Février	—	—	—	3 gr. 8
Mars	—	—	—	6 gr. 5
Avril	—	—	—	3 gr. 0
Mai	—	—	—	2 gr. 1
Juin	—	—	—	3 gr. 0
Juillet	—	—	—	2 gr. 9
Août	—	—	—	2 gr. 0
Septembre	—	—	—	3 gr. 3
Octobre	—	—	—	4 gr. 0
Novembre	—	—	—	4 gr. 3
Décembre	—	—	—	3 gr. 9

Altitude 500 mètres

Janvier : Teneur en spartéine au kilogramme de plante				3 gr. 8
Février	—	—	—	3 gr. 9
Mars	—	—	—	6 gr. 6
Avril	—	—	—	3 gr. 1
Mai	—	—	—	2 gr. 1
Juin	—	—	—	3 gr. 0
Juillet	—	—	—	3 gr. 0
Août	—	—	—	2 gr. 1
Septembre	—	—	—	3 gr. 4
Octobre	—	—	—	4 gr. 1
Novembre	—	—	—	4 gr. 1
Décembre	—	—	—	4 gr. 0

Altitude 600 mètres

Janvier : Teneur en spartéine au kilogramme de plante				3 gr. 9
Février	—	—	—	4 gr. 0
Mars	—	—	—	6 gr. 6
Avril	—	—	—	3 gr. 2
Mai	—	—	—	2 gr. 2
Juin	—	—	—	3 gr. 1
Juillet	—	—	—	3 gr. 0
Août	—	—	—	2 gr. 1
Septembre	—	—	—	3 gr. 1
Octobre	—	—	—	4 gr. 1
Novembre	—	—	—	4 gr. 5
Décembre	—	—	—	4 gr. 0

Altitude de 700 mètres

Janvier :	Teneur en spartéine au kilogramme de plante	....	....	4 gr. 1
Février	—	—	—	4 gr. 1
Mars	—	—	—	6 gr. 9
Avril	—	—	—	3 gr. 2
Mai	—	—	—	2 gr. 2
Juin	—	—	—	3 gr. 1
Juillet	—	—	—	3 gr. 0
Août	—	—	—	2 gr. 3
Septembre	—	—	—	3 gr. 7
Octobre	—	—	—	4 gr. 1
Novembre	—	—	—	4 gr. 8
Décembre	—	—	—	4 gr. 1

Ces résultats comparés indiquent :

1° Que Mars est le mois où la teneur en spartéine est maxima. Or Mars est le mois de la préfloraison de la plante.

2° Que la richesse en spartéine croît avec l'altitude.

Donc : Compte tenu des difficultés de récolte qui augmentent avec l'altitude, nous aurons un rendement industriel maximum si le genêt est cueilli en Mars, ou, plus exactement ou moment de la préfloraison, et à l'altitude la plus élevée.

CHAPITRE II

LE TRAITEMENT MÉCANIQUE

I. — **De l'arrachage du genêt.** — De très solides racines fixent le genêt au sol. La pelle bêche ne saurait suffire pour une récolte rapide. La pioche, le pic, voire même le levier sont fort souvent nécessaires.

L'arrachage le plus économique est réalisé par l'outil suivant : Un levier rond, en fer, long de un mètre cinquante et de un centimètre vingt cinq de rayon environ, est recourbé et terminé en pointe à l'une de ses extrémités. On fixe à une distance de trente à quarante centimètres de cette pointe et perpendiculairement à l'axe du levier une pièce en V renversé.

Son emploi est des plus simples. En enfonçant la pique de cet appareil sous les maîtresses racines de la plante, en appuyant ensuite à l'autre extrémité, le V renversé agit comme point d'appui d'un levier qui multiplie la force manuelle exercée.

En terrain plat principalement cet appareil rend les plus grands services.

Il est utile aussi de prévoir à proximité du champ de travail un atelier qui réparera et entretiendra leviers et pics.

La nature des sols à genêts caillouteuse pour la plupart use avec une rapidité surprenante les outils mis en œuvre.

L'intérêt de cet atelier est tel que l'on a constaté une augmentation du rendement de l'ordre de vingt sept pour cent en dix journées de travail d'une équipe de quinze ouvriers par l'installation sur les lieux mêmes de l'arra-

chage d'un atelier de réparation dirigé par un bon ouvrier outilleur.

Cet atelier portatif comprenait une forge et un matériel restreint.

Outil pour l'arrachage

Longueur totale A C : 1 m. 50 —— B C : 0 m. 40 environ.

II. — **Sous quelle forme faut-il traiter le genêt ?** — Nous avons déjà insisté sur la dureté de la plante sèche et sur les difficultés que présentaient sa pulvérisation.

Pourrait-on alors broyer le genêt vert ? Non.

Hache-racines, moulins à engrenages, broyeurs tant à boulets qu'à marteaux rotatifs sont incapables de diviser convenablement cette « corde flexible ».

Des expériences onéreuses par l'usure ou l'avarie trop rapide des appareils utilisés interdisent la pulvérisation du genêt à balais sec. Seul le genêt à demi desséché peut être économiquement réduit en poudre.

Ces difficultés, nous demandons-nous, valent-elles la peine d'être surmontées ?

Le rendement en spartéine au kilogramme de genêt traité justifie-t-il l'épuisement de la poudre ou, au contraire, un simple hachage de la plante donne-t-il à l'extraction des résultats satisfaisants ?

Deux dosages sur un même lot de genêts et par la méthode indiquée portant l'un sur du genêt en poudre, l'autre sur du genêt découpé au hache-racines en fragments de un à un centimètre et demi de longueur, ont donné les résultats suivants, pour les cinq lots distincts considérés :

Premier lot de genêt :

En poudre : Rendement 4 gr. 3 au kilogramme.
En fragments : Rendement 1 gr. 9 au kilogramme.

Deuxième lot :

En poudre : Rendement 5 gr. 5 au kilogramme.
En fragments : Rendement 2 gr. 2 au kilogramme.

Troisième lot :

En poudre : Rendement 6 gr. 9 au kilogramme.
En fragments : Rendement 2 gr. 8 au kilogramme.

Quatrième lot :

En poudre : Rendement 3 gr. 5 au kilogramme.
En fragments : Rendement 1 gr. 3 au kilogramme.

Cinquième lot :

En poudre : Rendement 5 gr. 0 au kilogramme.
En fragments : Rendement 2 gr. 1 au kilogramme.

Le genêt en fragments avait été cependant totalement épuisé par l'alcool à 60°. En effet, en fin d'opération, cet alcool ne contenait plus de spartéine puisque, traité par le réactif iodo ioduré il ne donnait aucune réaction.

Il faut donc pour l'extraction de la spartéine opérer sur le genêt en poudre.

III.— **Quelle ténuité doit avoir cette poudre ?** Nous nous sommes adressés à des poudres de ténuité différente et avons déterminé leur richesse en spartéine au kilogramme toujours par le procédé à l'alcool.

Ces poudres avaient été obtenues par le procédé suivant.

Des fragments de genêt à demi sec de un centimètre de longueur environ, obtenus avec une machine à guillotine, ont été réduits en poudre par un broyeur d'une puissance de quatre chevaux, mû électriquement. L'appareil qui comporte une trémie d'alimentation a, pour organe essentiel un disque muni à sa partie supérieure de masses en acier chromé.

La vitesse de ce disque est de quatre mille tours minute. La plante est entraînée puis broyée par les masses contre une butée en acier chromé trempé d'une extrême dureté.

Des tamis dont les mailles variaient de quatre millimètres à deux millimètres de côté nous ont donné différents échantillons de poudre.

Les mêmes dosages sur des lots du même genêt nous ont fourni, aux erreurs d'expérience près, les mêmes résultats, quelle que soit la ténuité de la poudre traitée.

Une pulvérisation suivie d'un tamisage à travers des mailles de quatre millimètres de côté suffit donc pour obtenir des résultats très satisfaisants.

CHAPITRE III

COMPARAISON DES RENDEMENTS OBTENUS PAR L'APPLICATION DES PROCÉDÉS STENHOUSE, MILLS ET DU PROCÉDÉ A L'ALCOOL

Les conditions optima de récolte et de division définies, il faut choisir parmi les différentes techniques celle qui nous donnera les meilleurs résultats.

Cinq lots de dix kilogrammes ont été traités par le procédé Stenhouse, par le procédé Mills et enfin par le procédé à l'alcool.

Voici quels furent les résultats pour chacune de ces techniques.

Procédé Stenhouse.

Premier lot : Pour 10 kilogrammes de plante, rendement 3 gr. 7 de spartéine pure soit 0 gr. 37 par kilog.

Deuxième lot : Pour 10 kilogrammes de plante, rendement 2 gr. 9 de spartéine pure soit 0 gr. 29 par kilog.

Troisième lot : Pour 10 kilogrammes de plante, rendement 4 gr. 1 de spartéine pure soit 0 gr. 41 par kilog.

Quatrième lot : Pour 10 kilogrammes de plante, rendement, 5 gr. 6 de spartéine pure soit 0 gr. 56 par kilog.

Cinquième lot : Pour 10 kilogrammes de plante, rendement 3 gr. 5 de spartéine pure soit 0 gr. 35 par kilog.

Procédé Mills.

Premier lot : Pour 10 kilogrammes de plante, rendement de 3 gr. 9 de spartéine pure soit 0 gr. 39 par kilog.

Deuxième lot : Pour 10 kilogrammes de plante rendement de 3 gr. 5 de spartéine pure soit 0 gr. 35 par kilog.

Troisième lot : Pour 10 kilogrammes de plante rendement de 5 gr. 2 de spartéine pure soit 0 gr. 52 par kilog.

Quatrième lot : Pour 10 kilogrammes de plante, rendement de 6 gr. 1 de spartéine pure soit 0 gr. 61 par kilog.

Cinquième lot : Pour 10 kilogrammes de plante, rendement de 4 gr. 3 de spartéine pure soit 0 gr. 43 par kilog.

Procédé à l'alcool.

Premier lot : Pour 10 kilogrammes de plante, rendement de 39 gr. de spartéine pure soit 3 gr. 9 par kilog.

Deuxième lot : Pour 10 kilogrammes de plante, rendement de 32 gr. de spartéine pure soit 3 gr. 2 par kilog.

Troisième lot : Pour 10 kilogrammes de plante, rendement de 41 gr. de spartéine pure soit 4 gr. 1 par kilog.

Quatrième lot : Pour 10 kilogrammes de plante, rendement de 65 gr. de spartéine pure soit 6 gr. 5 par kilog.

Cinquième lot : Pour 10 kilogrammes de plante, rendement de 28 gr. de spartéine pure soit 2 gr. 8 par kilog.

Bien que supérieur à celui de Stenhouse le rendement du procédé Mills ne peut cependant se comparer au rendement obtenu par le procédé à l'alcool.

Pour un même poids de plante traité, l'épuisement à l'alcool permet d'obtenir dix fois plus environ de base

pure que n'en peuvent donner les procédés Stenhouse et Mills.

Le procédé à l'alcool semble donc le procédé de choix d'extraction de la spartéine.

Les opérations de chauffage mises en jeu dans les deux autres techniques de préparation tant pour les concentrations que pour les distillations, altèrent la fragile molécule de spartéine et expliquent le déficit énorme que l'on constate dans la mise en œuvre de la méthode Stenhouse et de la méthode de Mills.

Les conditions optima d'extraction semblent donc définies. Mais bien que le sol français dans ses régions montagneuses, fournisse la matière première en quantité pour ainsi dire inépuisable à l'industrie de l'extraction de la spartéine, le régime fiscal de l'alcool dans notre pays nous rend sur ce point encore tributaires de l'étranger.

La spartéine que nous importons malgré les droits de douane qui s'ajoutent à ses prix d'achat, revient encore moins chère rendue chez nous que celle que nous pourrions extraire par la technique à l'alcool.

CHAPITRE IV

RECHERCHE D'UN SOLVANT ESSENTIEL AUTRE QUE L'ALCOOL

On s'est demandé si d'autres solvants exempts des taxes fiscales qui frappent si durement l'alcool pourraient permettre à l'industrie française de concurrencer efficacement la production étrangère.

Nous exposerons maintenant les principaux essais qui ont été effectués.

Premier essai. — Il est basé sur les propriétés générales de solubilité des alcaloïdes. En présence d'un acide ces bases passent à l'état de sel soluble dans l'eau. Si l'on sature la solution aqueuse obtenue par une base on obtiendra un sel de cette base et l'alcaloïde libéré, insoluble dans l'eau, pourra être extrait par un solvant organique.

On humecte donc la poudre de genêt avec un mélange d'acide sulfurique: dix grammes, et d'eau distillée : mille grammes en quantité suffisante. On laisse ensuite reposer vingt quatre heures.

A la presse on obtient un liquide brun et trouble qui évaporé dans le vide au bain marie et à moins de cent degrés, laisse un extrait pâteux contenant la spartéine à l'état de sulfate.

La chaux ajoutée en quantité convenable deshydrate cet extrait et le transforme en une pâte presque sèche. L'alcaloïde est libéré. Cette pâte est pulvérisée puis introdui-

te dans un percolateur aux fins de lixiviation par l'éther.

On avait fondé à priori les plus grands espoirs sur ce procédé rationnel. Les résultats ont été nuls.

L'extrait que nous obtenons contient des substances pectiques qui se gonflent en milieu alcalin et donnent naissance à un gel. Ce gel absorbe la majeure partie de l'éther, forme un bouchon étanche et aucun lixiviat ne peut être obtenu.

Deuxième essai. — A la suite de cet échec on a pensé qu'il fallait d'abord se débarrasser des substances pectiques.

L'essoration serait alors possible et l'on obtiendrait une solution éthérée d'alcaloïde d'où il serait facile d'extraire la spartéine pure.

On a chauffé la poudre de genêt additionnée d'une solution de soude caustique dans un autoclave.

Par la suite on obtient un lixiviat parfaitement limpide qui surnage la couche aqueuse.

Mais si l'hydrolyse détruit les substances pectiques elle fait aussi disparaître la spartéine.

On ne trouve en effet aucune trace d'alcaloïde dans l'éther.

Il est intéressant de noter à ce sujet le fait suivant :

Une solution éthérée de spartéine même étendue se trouble aux environs de trente sept degrès centigrades. La solution redevient limpide si la température vient à baisser.

Troisième essai. — Nous avons alors repris la technique décrite au premier essai et avons tenté de séparer à la centrifugeuse l'éther du gel pectique.

Là encore les résultats furent négatifs. Le panier de l'essoreuse se colmate rapidement et rien ne passe par centrifugation.

Quatrième essai. — De très remarquables résultats ont été obtenus par P. Patrice qui procéda de la façon suivante :

Il humecte dix kilogrammes de genêt en poudre du mélange suivant : acide sulfurique : dix grammes ; eau distillée : mille grammes, et laisse reposer vingt quatre heures.

Il soumet ensuite cette masse à l'action de la presse et recueille le jus obtenu.

Le gâteau déjà pressé est mouillé une seconde fois et donne après un repos de vingt quatre heures et un second pressage un deuxième jus recueilli dans un récipient à part

Un troisième jus est obtenu de la même façon.

Ces trois jus sont alors réunis puis évaporés dans le vide au bain marie à une température inférieure à cent degrés centigrades.

Le volume primitif qui était de cinq litres est réduit à trois litres d'un extrait épais et brun.

1°) P. Patrice prélève un litre et demi de ce jus concentré, l'additionne d'un excès de carbonate de soude et distille **à feu nu.**

Il ne put obtenir plus d'un litre de distillat. En effet le contenu de la cornue s'épaissit peu à peu et empêche de pousser plus avant l'opération.

Ce distillat est constitué de deux parties :

a) Une partie aqueuse, brune et trouble.

b) Une partie qui se dépose, formée de substances mucilagineuses entraînées à la distillition à feu nu.

Le tout est évaporé dans le vide au bain marie à une température inférieure à cent degrés centigrades jusqu à consistance d'extrait mou.

Cette masse est introduite dans un percolateur et lixiviée à l'alcool à soixante.

Cet alcool remplit un double but :

Il coagule les substances pectiques,

Il dissout la totalité de la spartéine de l'extrait.

Après filtration on évapore dans le vide à basse température cette solution alcoolique.

Le résidu est additionné d'acide tartrique en solution concentrée et filtrée. La chlorophylle et les matières colorantes sont retenues par le filtre. On recommence cette opération plusieurs fois et l'on obtient finalement une solution limpide.

Par alcalinisation au carbonate de soude et agitation à plusieurs reprises avec un fort excès d'éther on déplace la spartéine de son sel et fait passer l'alcaloïde en solution.

Pour purifier l'alcaloïde on introduit la solution éthérée dans une ampoule à décantation puis on fait réagir sur elle une solution concentrée d'acide tartrique, on agite et décante.

On transforme à nouveau ce sel en base par alcalinisation au carbonate de soude et on extrait l'alcaloïde par l'éther.

Il suffit de répéter trois ou quatre fois ces opérations pour obtenir une solution éthérée de spartéine limpide mais fortement colorée.

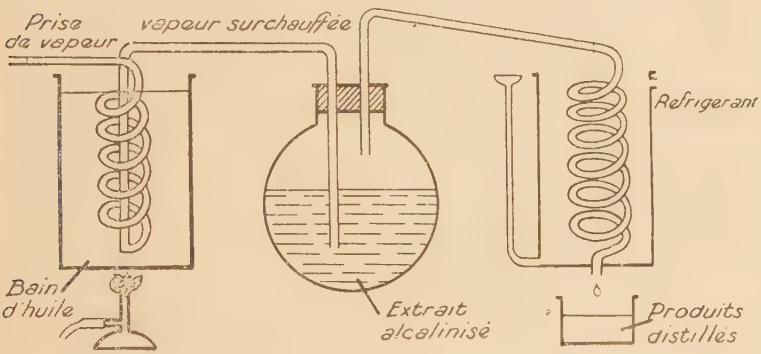
On déshydrate alors cette solution éthérée par du carbonate de soude anhydre. Cette précaution est indispensable pour obtenir facilement la spartéine anhydre. Après l'avoir filtrée ou l'évapore dans le vide au moyen d'une trompe à eau et à l'obscurité jusqu'à poids constant.

La différence entre le poids nouveau du récipient et son poids primitif, nous donne celui de l'alcaloïde isolé.

Par ce procédé P. Patrice a extrait quatre grammes cinquante de spartéine pure dans un litre et demi de jus concentré représentant cinq kilogrammes de poudre de genêt. Le rendement est donc de neuf grammes d'alcaloïde base pour dix kilogrammes de plante, soit quatre vingt dix centigrammes par kilog.

2°) L'autre moitié des cinq litres de jus concentré provenant du traitement des dix kilogrammes de poudre de genêt est soumise, après alcalinisation au carbonate de soude, à l'action d'un courant de vapeur d'eau surchauffée.

Le dispositif est le suivant :



Une prise de vapeur issue d'un autoclave se prolonge par un serpentin plongeant dans un bain d'huile. A l'autre extrémité de ce serpentin est branché un tube plongeur qui pénètre à l'intérieur d'un ballon contenant l'extrait alcalinisé.

Le bouchon du ballon est traversé par deux tubulures. La première constituée par un tube plongeant amène la vapeur. La seconde sert de tube à dégagement et condense les produits de la distillation dans un serpentin collecteur.

On obtient par ce procédé à la vapeur d'eau surchauffée un produit clair, presque incolore mais un peu trouble. La majeure partie des substances pectiques est éliminée.

Cette distillation a, de plus, l'avantage d'éviter les substances pyrogénées qui prennent naissance dans la distillation à feu nu.

En appliquant la même technique que précédemment on obtient pour un litre et demi d'extrait traité sept grammes deux centigrammes de spartéine et le rendement est de quatorze grammes quatre pour dix kilogrammes de poudre de genêt travaillée, soit un gramme quarante par kilog.

Ce même échantillon de poudre de genêt qui a servi aux deux dosages précédents indique par la méthode de Houdé à l'alcool une teneur de quarante deux grammes de spartéine pour dix kilogrammes de plante soit un rendement de quatre grammes vingt par kilogramme.

Donc, la distillation à feu nu donne des résultats inférieurs à ceux obtenus par distillation à la vapeur d'eau surchauffée, résultats cependant très inférieurs à ceux donnés par le procédé à l'alcool.

CONCLUSIONS

Nous pouvons donc conclure de cette étude :

1°) Que l'on peut doser la spartéine dans le genêt à balais avec une précision satisfaisante en utilisant l'extraction à l'alcool, si l'on a soin de bien deshydrater la solution éthérée de spartéine base obtenue à l'aide du carbonate de soude anhydre.

2°) Que l'époque optima de récolte de la plante destinée à fournir la spartéine est la période de la préfloraison.

3°) Que la teneur en spartéine croît avec l'altitude.

4°) Que l'extraction de l'alcaloïde de la plante est d'autant meilleure que la plante est mieux divisée mécaniquement.

5° Que le meilleur véhicule d'extraction connu est l'alcool éthylique.

6°) Que parmi les méthodes que nous avons essayées — et mise à part la technique d'extraction à l'alcool éthylique — celle qui utilise l'entraînement à la vapeur d'eau surchauffée donne les meilleurs résultats.

BIBLIOGRAPHIE

P. Bourcet. — Sur le dosage de la spartéine dans le genêt à balais. *Bll. Sc. Ph.* 1929, 36 p. 235-237.

P. Bourcet et G. Dugne. — Variation de la teneur en spartéine chez le genêt. *Bll. Sc. Ph.* 1930, 37, p. 49-50.

Clemo. — (C. R. Clémo) J. *Chem. Sor.* p. 437, 3190, 1931 ; p. 2950, 1932 ; *B. S. C.* t. 54, p. 873, 1933.

Codex 1937.

A. Goris. — Localisation et rôle des alcaloïdes et des glucosides chez les végétaux.

Herail. — Le genêt à balais.

Hirt.— Standardisation chimique des préparations galéniques à base de genêt, 1929.

Hirt. — Les préparations galéniques de genêt à balais ; leur dosage. *J. P. C.* 1929, 8e Série, p. 111-124 et p. 145-161.

Ing. — (H. R. Hing) *Chem. Sor.* p. 504, 1933 ; p. 2278, 1932 ; *B. S. C.* t. 54, p. 881 et 1509, 1933.

Karrer. — (P. Karrer et collaborateurs). *Helv. Chim. Acta*, t. 13, page 1292, 1930).

Lebeau et Courtois. — Traité de Pharmacie chimique, 1938.

A. Leulier. — La spartéine

P. Manceau. — Le genêt à balais.

P. Patrice. — La spartéine du genêt à balais, 1928.

Travaux de : Moureu et Valeur, Willstaeter et Marx Spath, Polonowski, Lespagnol, Germain Sée, F. et J. Mercier.

Travaux de : Huchard, Vaquez, R. Hamet, Hering, Joussen.

A. Vermenouze. — Poésies.

Winterfeld. — *Arch. Pharmac.* t. 266, p. 299.

K. Winterfeld et W. Holschneider. — *Arch. Pharm.* t .267 page 433, 1929.

K. Winterfeld et W. Ipsen. — *Arch. Phar.* t. 268 p. 372, 1930.

K. Winterfeld et Knemmer. — *Ber.* t. 64, p. 150, 1931.

Vu, Strasbourg, le 26 Octobre 1938

Le Président du Jury,

R. SARTORY

Vu et permis d'Imprimer :

Strasbourg, le 27 Octobre 1938

Le Doyen de la Faculté de Pharmacie,

A. SARTORY

Vu et permis d'Imprimer :

Strasbourg, le 28 Octobre 1938

Le Recteur de l'Académie,

Président du Conseil de l'Université,

L. TERRACHER

TABLE DES MATIÈRES

Avant propos..... 11

PREMIERE PARTIE
(DOCUMENTAIRE) 13

CHAPITRE I. — Etude botanique du genêt à balais. 15

CHAPITRE II. — La spartéine 17
Extraction 21
Propriétés physiques et chimiques 22
Propriétés pharmacodynamiques 22
Les sels de spartéine 25

CHAPITRE III. — Dosage pondéral de la spartéine dans le genêt à balais 29

DEUXIEME PARTIE
(EXPERIMENTALE) 35

CHAPITRE I. — La matière première 37

CHAPITRE II. — Le Traitement mécanique 43
Arrachage du genêt 43
Sous quelle forme traiter le genêt 45

CHAPITRE III. — Comparaison des rendements obtenus par l'application des procédés Stenhouse, Mills et du procédé à l'alcool 49

CHAPITRE IV. — Recherche d'un solvant essentiel autre que l'alcool 53

Conclusions 59

Bibliographie 61